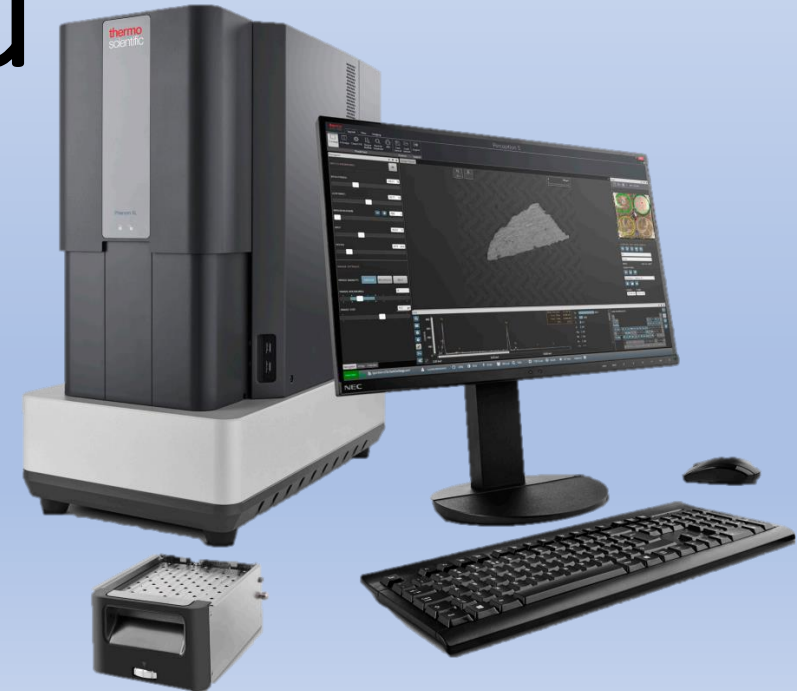
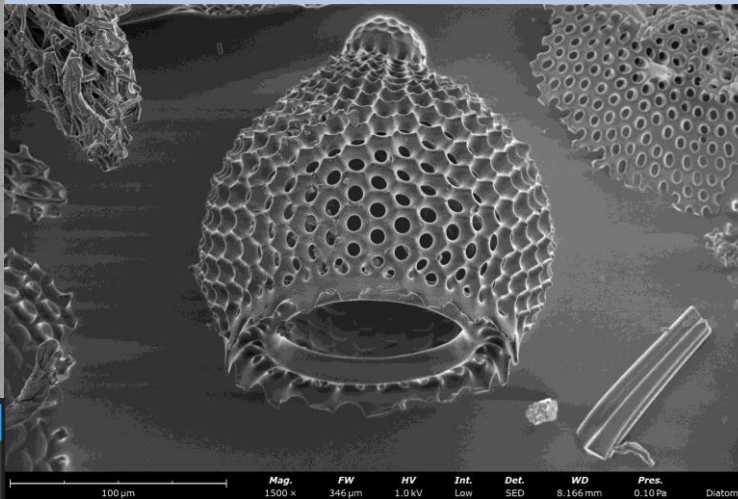
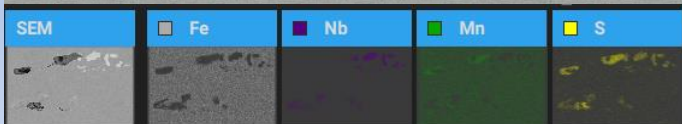
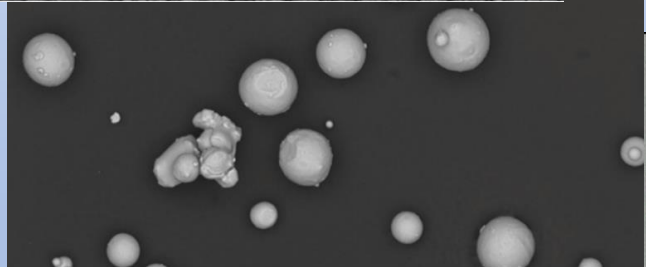


Automatická analýza mikročástic pomocí stolního SEM Phenom ParticleX ve strojírenství, forenzních vědách i kovovém 3D tisku



Obsah

- ANAMET s.r.o.
- Co je to Phenom ParticleX
- Aplikace
 - Strojírenské
 - Forezní
- Další automatizační SW

Kdo jsme?

ANAMET s.r.o.

- zastupuje přední výrobce fyzikálně-chemických analyzátorů žádaných především akademickou sférou a zkušebních strojů aplikovaných téměř v každém průmyslovém odvětví
- Poskytuje odborné poradenství a podporu včetně záručního a pozáručního servisu
- Pobočky: Praha, Brno, Modra (SK)



Phenom ParticleX

= Phenom XL G2



+ aplikační SW s 3 odlišnými reporty



Prášková metalurgie

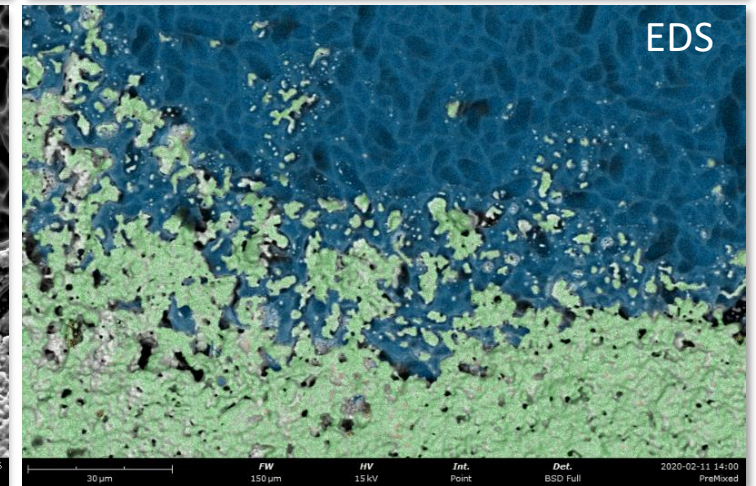
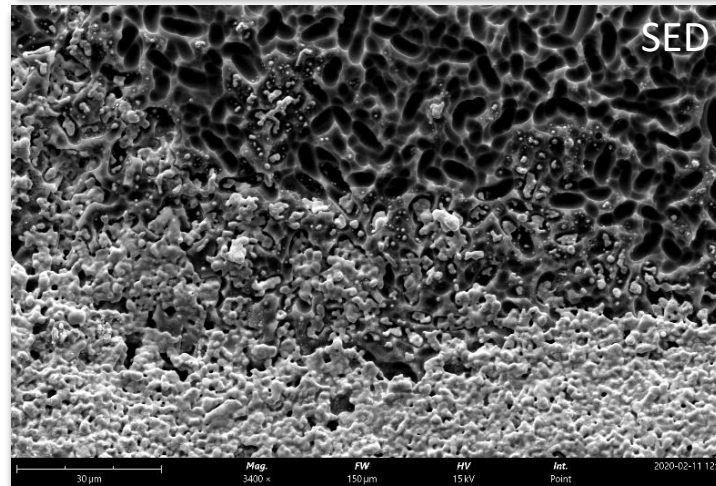
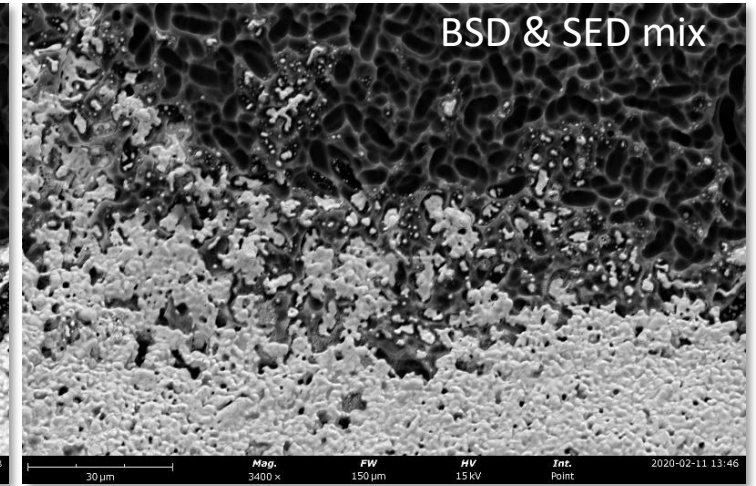
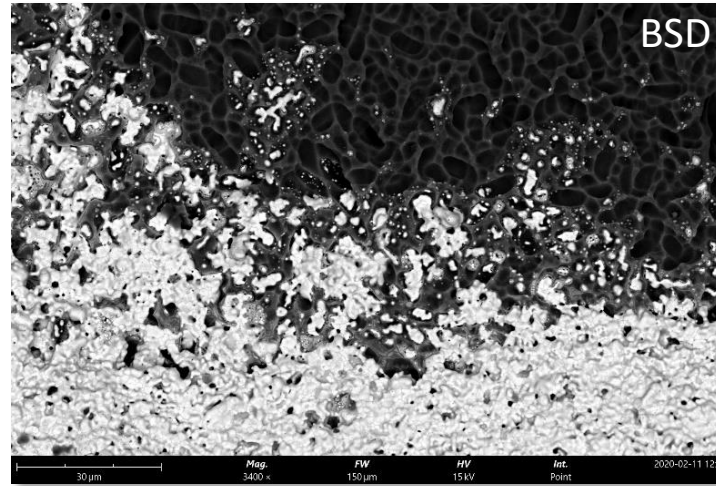


Nekovové vměšky v oceli



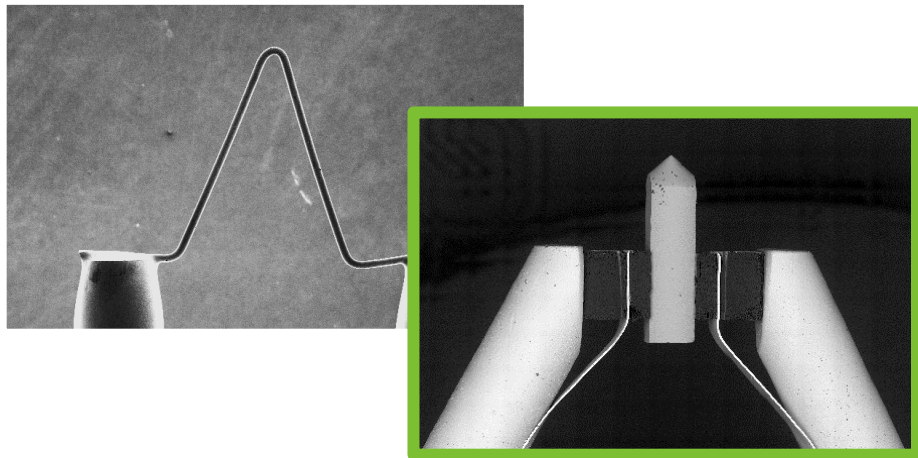
Technická čistota

Phenom XL G2 nabízí vícero integrovaných detektorů



- První elektronový snímek za méně než 1 minutu
- Intuitivní uživatelské prostředí
- Stvořen pro automatizaci

Stvořen pro automatizaci



CeB₆ zdroj elektronů

Životnost minimálně 1500 h, bez náhlé ztráty
elektronového svazku

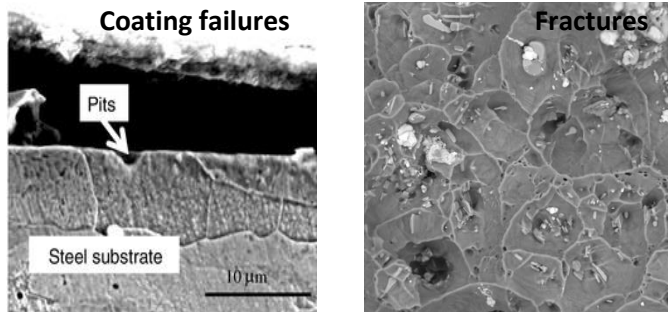
10x jasnější než wolframová vlákna => lepší kvalita
snímků a rychlejší sběr dat



Malé prostorové nároky a může pracovat
automaticky mimo pracovní dobu
V ceně jsou Python knihovny příkazů pro
automatizaci

Nejvhodnější využití

Během dne lze využívat v manuálním módu jako **Phenom XL G2** – Rychlé a velmi kvalitní snímkování velkých vzorků



+

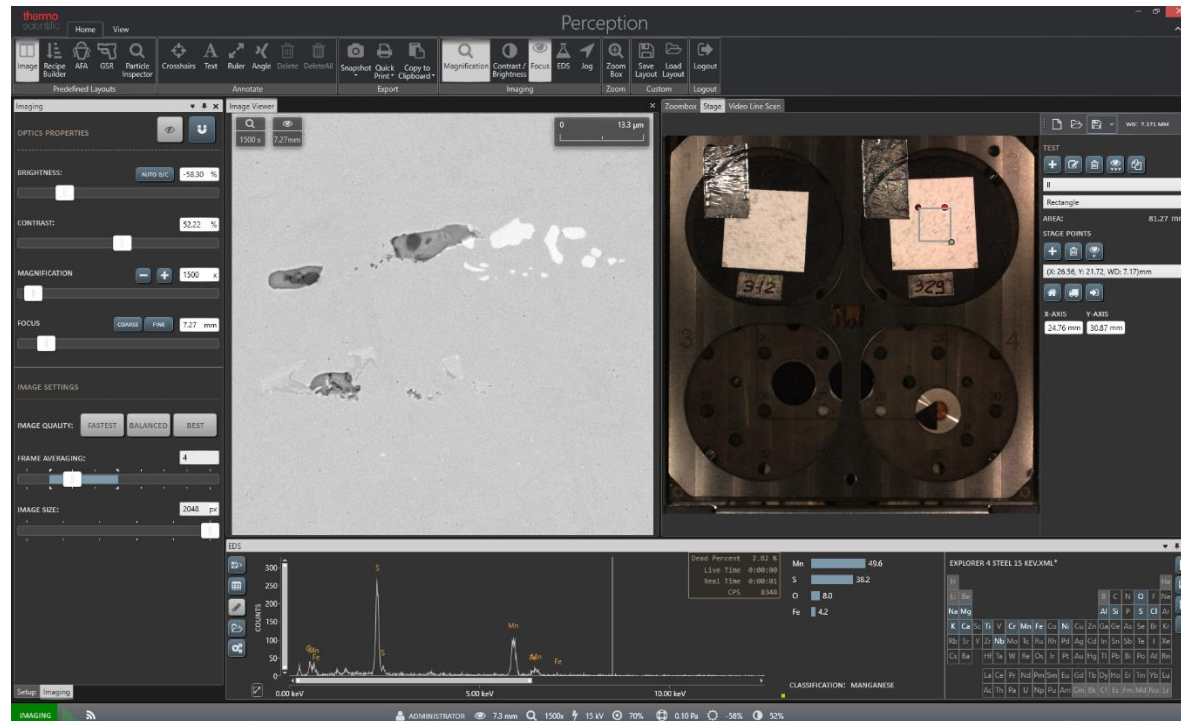
V noci běží rychlá a automatizovaná analýza SEM-EDX v módu **ParticleX** či pomocí automatických Python skriptů



Automatická analýza mikročástic



Vzorek



- Automatické snímání
- Automatická detekce mikročástic
- Automatická analýza prvkového složení **EDS**
- Automatické **zatřídění** mikročástic

Obsah

- ANAMET s.r.o.
- Co je to Phenom ParticleX
- **Aplikace**
 - **Strojírenské**
 - Forezní a jiné
- Další automatizační SW

Technická čistota – přítomnost částic ve výrobě a na produktech

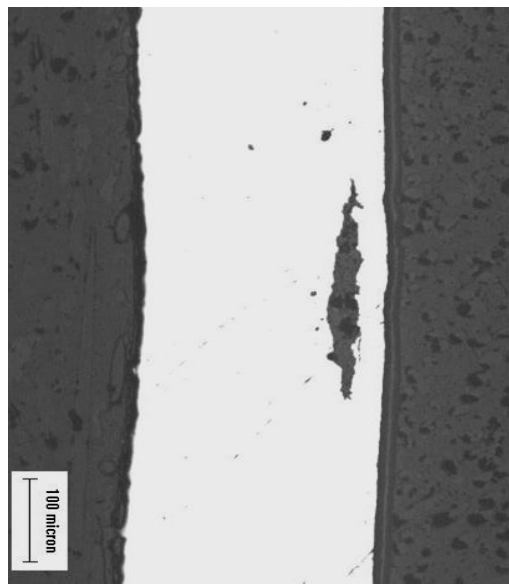
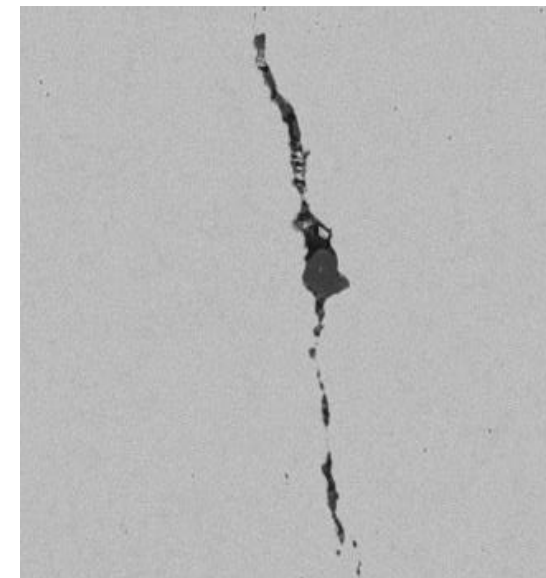
Kovová aditivní výroba – kovové kulové a deformované částice

Výroba a zpracování oceli/hliníku – ne/kovové vměstky

Automatizované vyhodnocení plochy pokrytí oceli konverzní vrstvou

Nekovové vměstky v oceli

- Všechny oceli obsahují velké množství nekovových vměstků
- Množstvím, velikostí a jejich složením se upravují následující vlastnosti oceli
 - Zpracovatelnost
 - Houževnatost
 - korozivzdornost aj.
- Velké vměstky mohou způsobit selhání dílu (lom).
- Nekovové vměstky mohou způsobovat ucpávání trysek či erozi ucpávek ve slévárnách



Report vměstků

Inclusion Classification Summary

Classification	Particles	[%]	Mg	Al	Si	S	Ca	Mn	Features/mm ²	Area%*	Incl.Index**
C12A7	405	28.0	10.3	28.2	1.8	10.4	47.2	2.0	2.4	36.3	0.00091
CaS	369	25.5	8.7	10.8	0.9	30.4	46.2	3.1	2.2	14.5	0.00036
CA	364	25.2	11.1	39.8	2.0	5.7	38.2	3.1	2.1	23.9	0.00060
C3A	154	10.7	9.3	17.5	1.4	8.4	61.0	2.4	0.9	19.5	0.00049
CaS Aluminate	61	4.2	7.8	23.7	1.5	23.3	40.8	2.9	0.4	3.0	0.00008
CA2	54	3.7	10.7	50.4	2.0	3.0	29.6	4.3	0.3	1.7	0.00004
Spinel Rich	38	2.6	36.5	38.5	0.8	4.2	17.3	2.8	0.2	1.1	0.00003
Spinel Pure	1	0.1	38.4	50.5	1.2		6.8	3.2	0.0	0.0	0.00000
All above combined	1446	100.0	10.6	26.5	1.5	14.2	44.4	2.8	8.5	100.0	0.00250

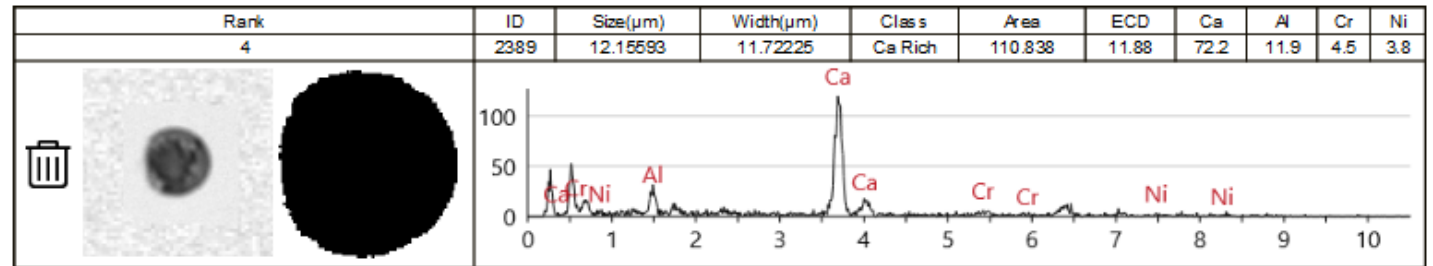
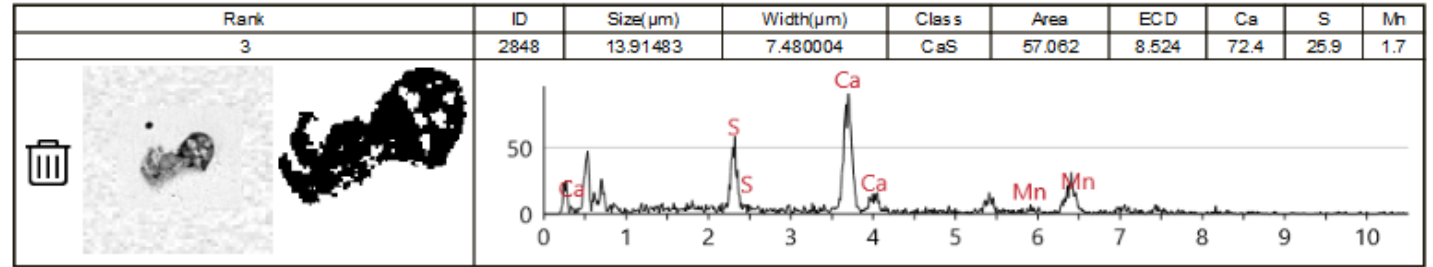
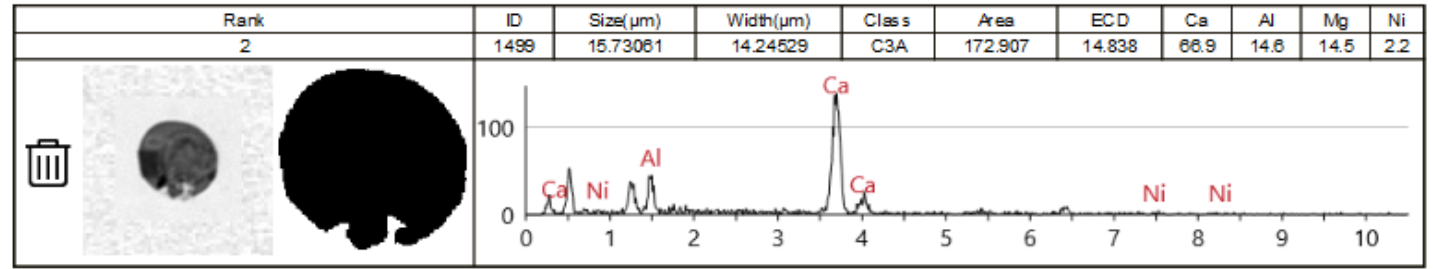
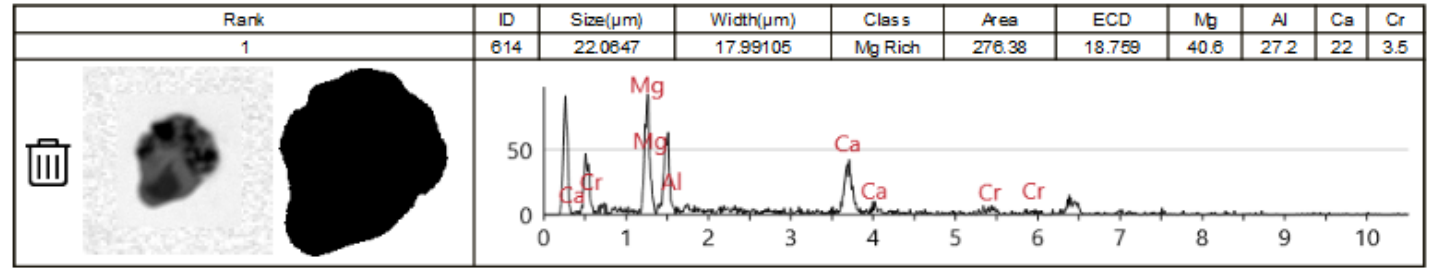
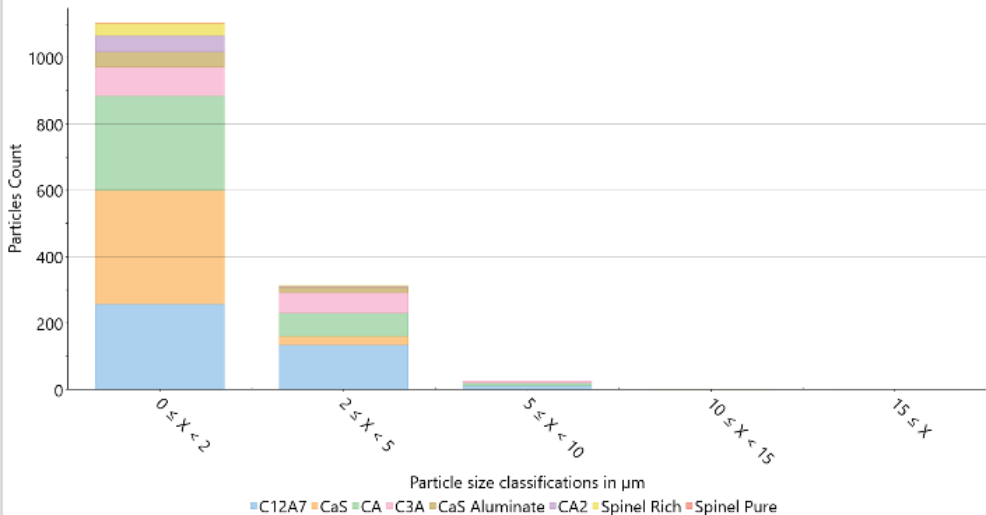
Average chemical composition reported in %

*Area% = Area of class/Area of selected classes

**Inclusion Index = Area of Inclusions/Area Scanned

Total scanned area is 169.8672mm²

Histogram Chart Generated Based on DMAX



Ternární diagramy složení

Ocel dezoxidovaná křemíkem

Dezoxidované vměstky

Reoxidované vměstky

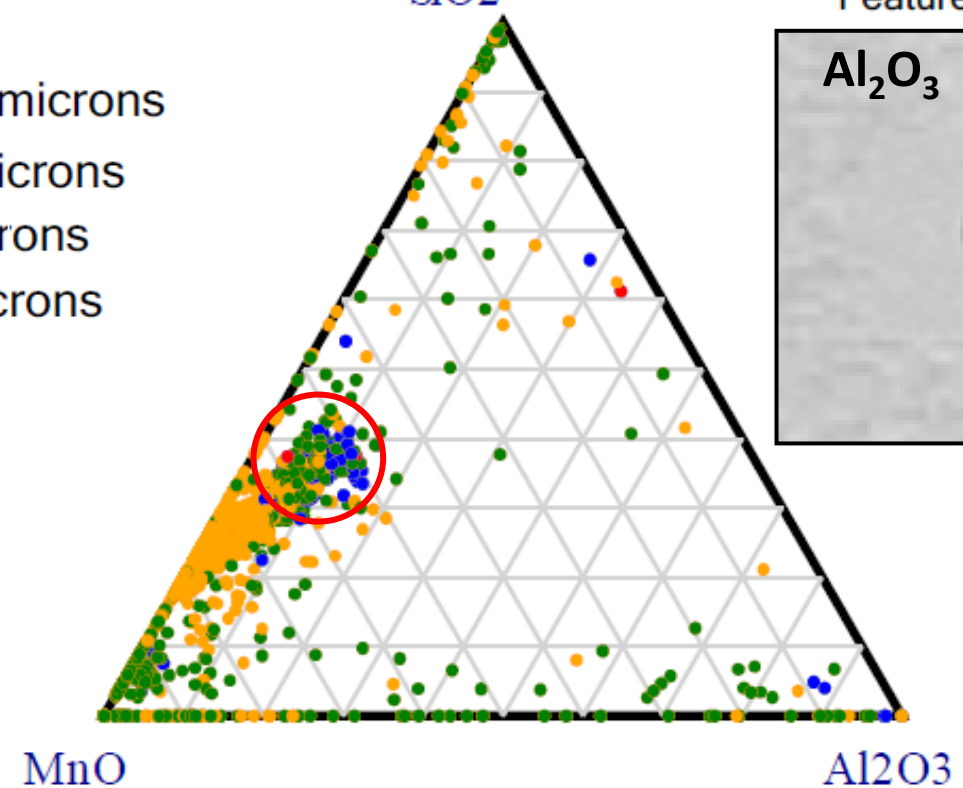
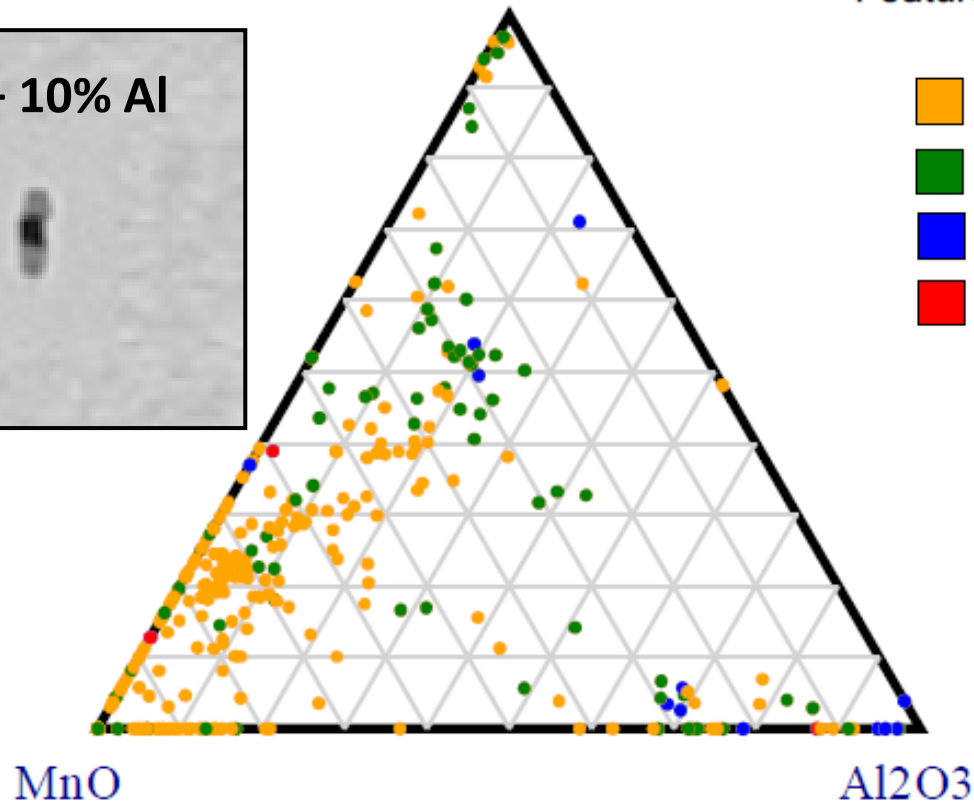
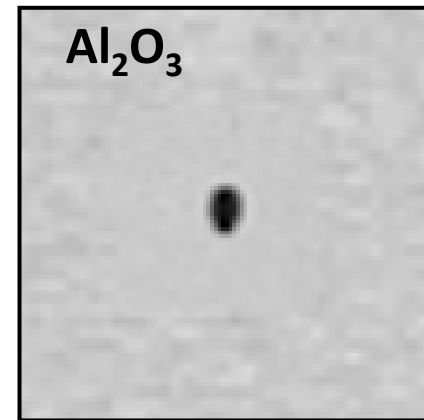
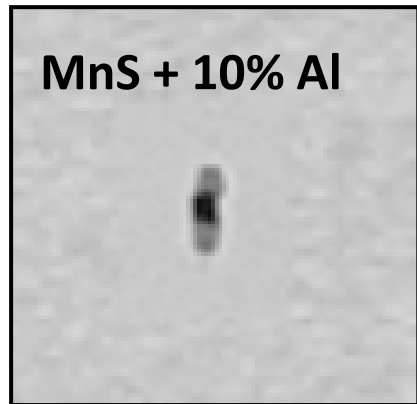
MnO.SiO₂.Al₂O₃

MnO.SiO₂.Al₂O₃

318
Features

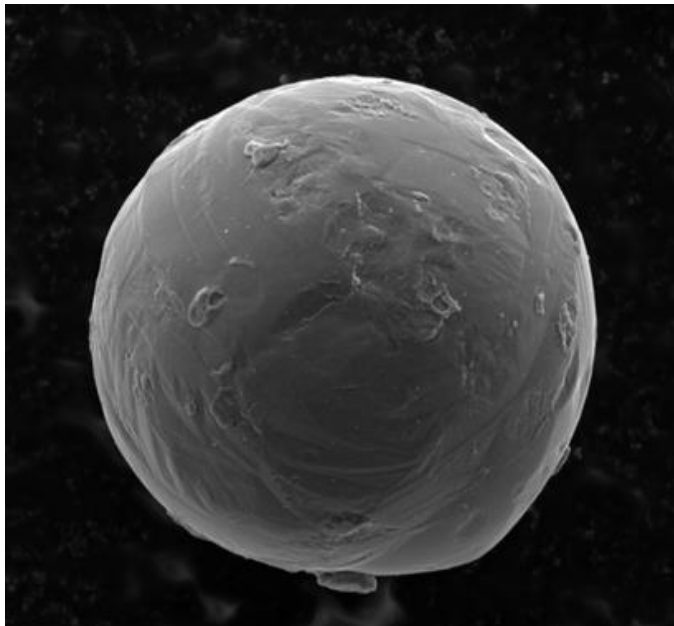
1212
Features

- 0.5-2.5 microns
- 2.5-5 microns
- 5-15 microns
- >=15 microns

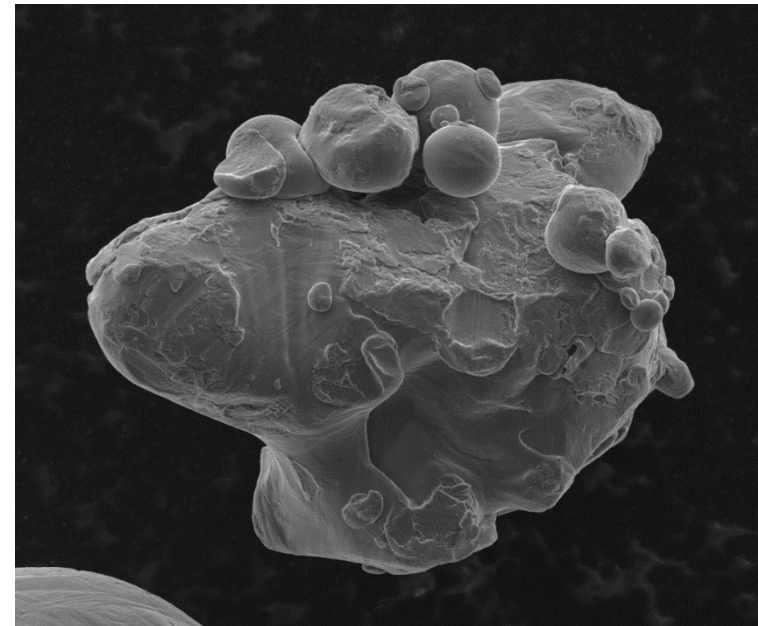
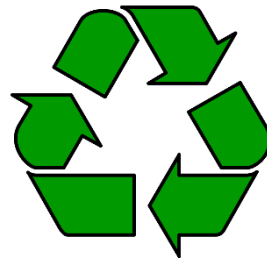


Kovová aditivní výroby – 3D tisk

- Kovové částice jsou drahé
- 3D tisk není 100% účinný
- Proto se používají recyklované částice



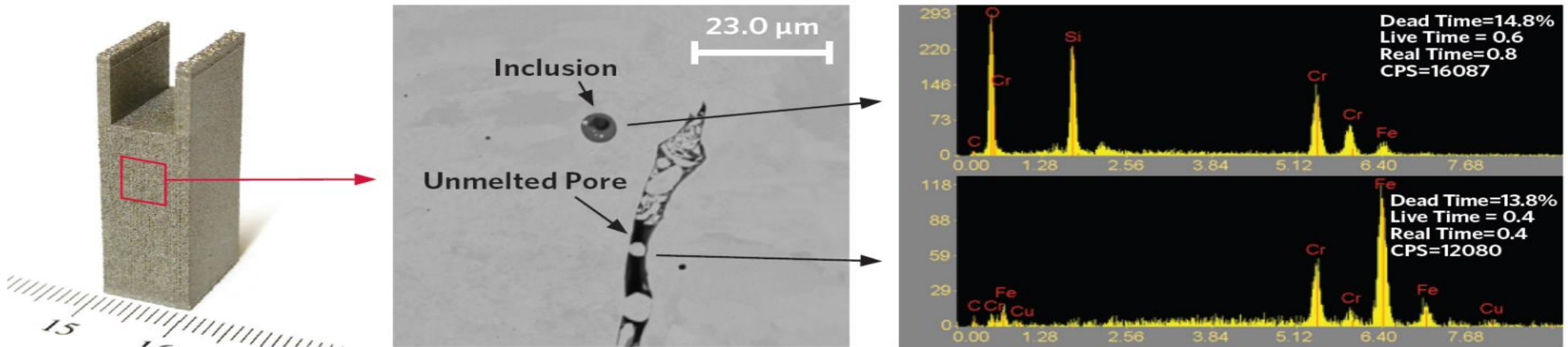
Původní částice



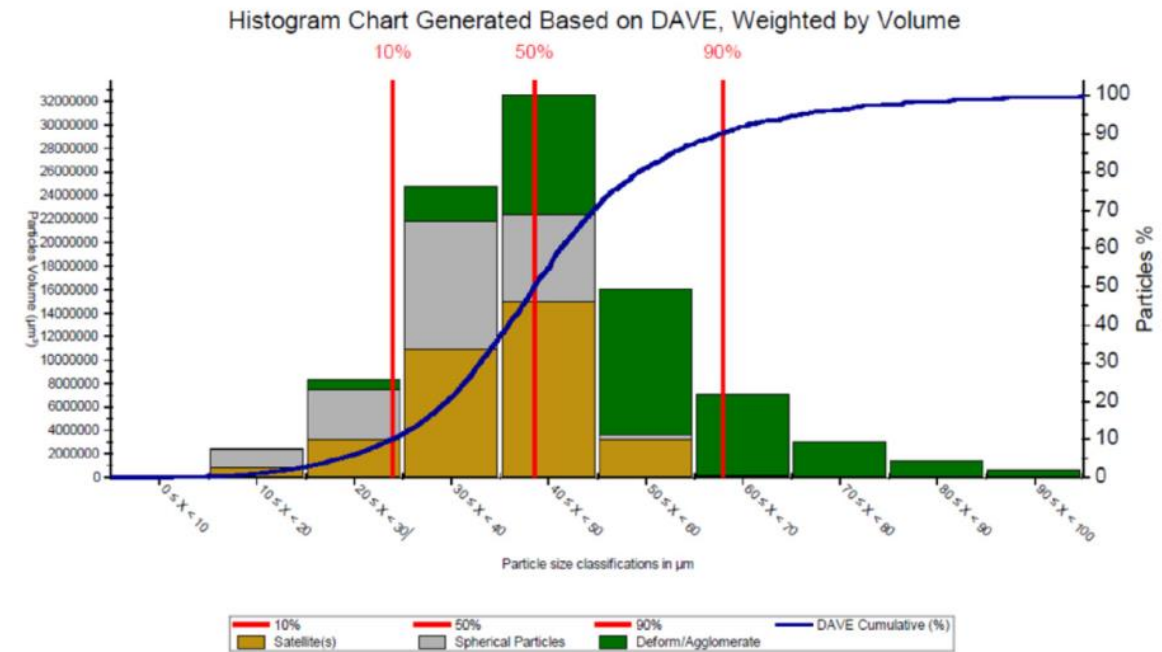
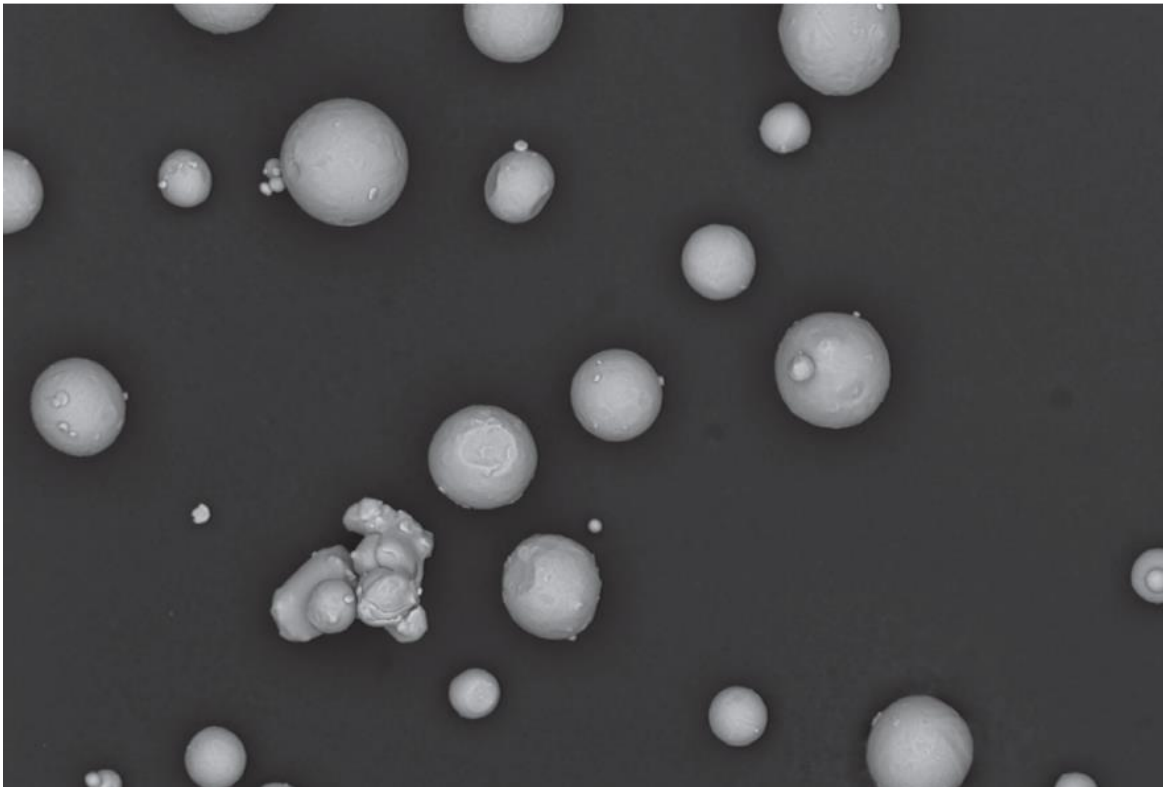
Recyklovaná částice

Kovová aditivní výroba – 3D tisk

- Špatná kvalita kovových částic (tvar a složení) vede ke „křehčí“ konstrukci
 - Cizorodé vměstky
 - Póry



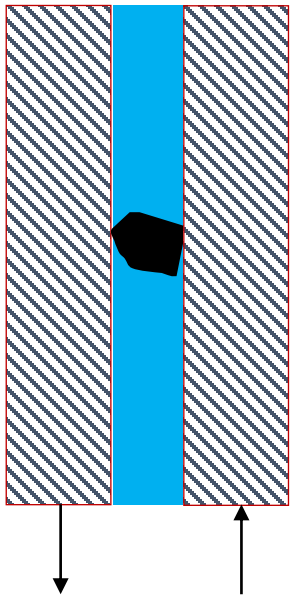
Kovová aditivní výroba – 3D tisk



Automatické třídění částic ve velikostních třídách na **satelitní**, kulové a **deformované či aglomerované**

Technická čistota výroby (VDA 19)

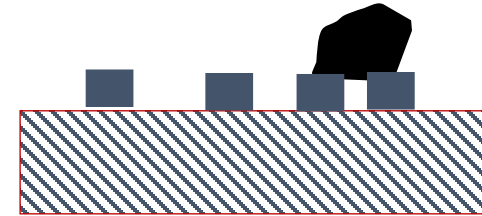
- Certifikace čistoty výroby z důvodu prevence poruch



Poškrábání povrchů
(ložisko)



Ucpání trysky



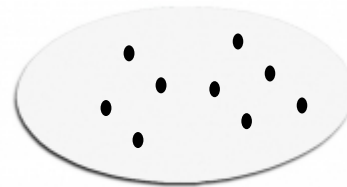
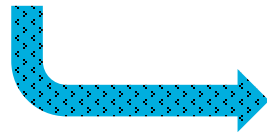
Zkrat na
mikroelektronice

Technická čistota výroby (VDA 19)

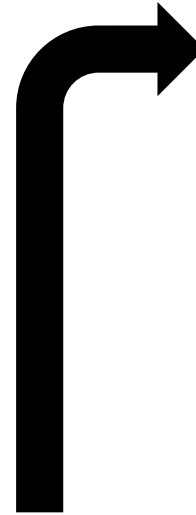
- Postup přípravy vzorků



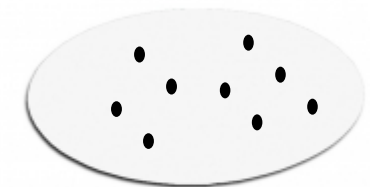
Oplachový přístroj



Vlhký filtr



Sušárna



Vzorek

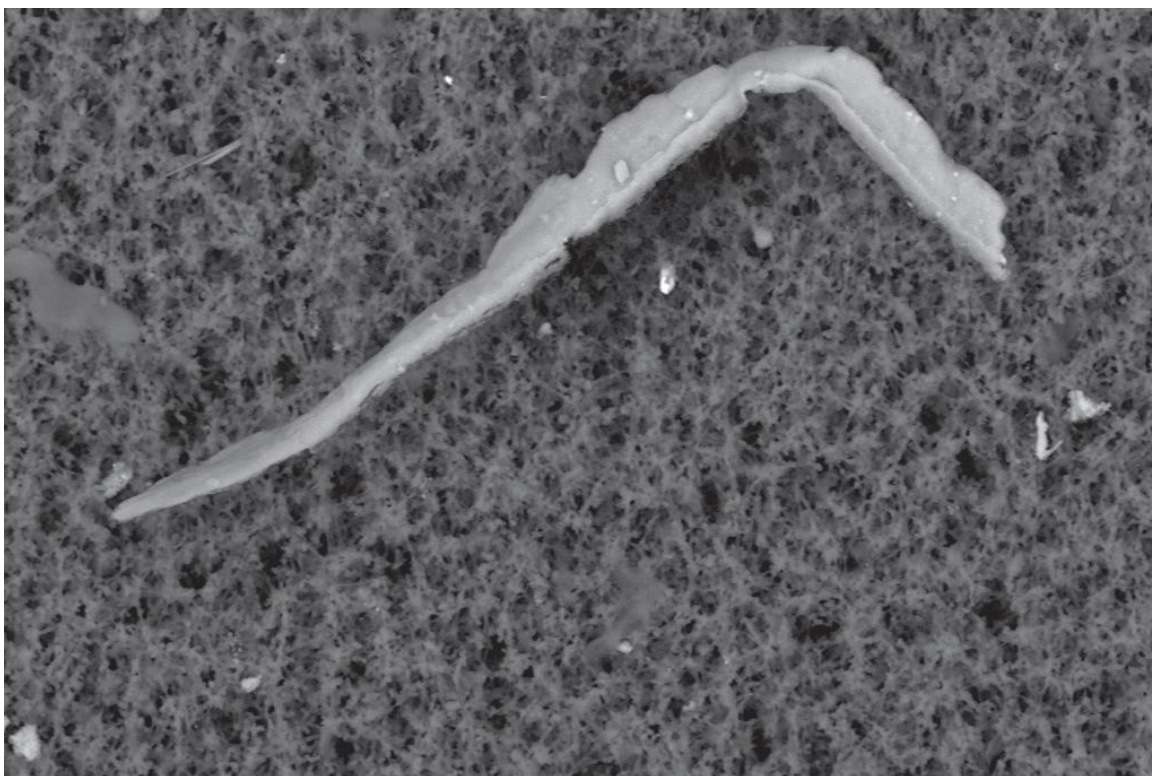


Oplachové vody

Technická čistota výroby (VDA 19)



Inspection Report



Sample Information	Sample Prep Information	Run Information
Company:	Component Surface By: Volume	Magnification: 312x
Operator Name: Brock R	Volume of Extraction(cm ³): 100	Number of Stage Fields: 101
Part # / Sample ID: Gateway Standard	Projected Volume(cm ³): 100	Area Scanned(mm ²): 10.24
Analysis Date: 6/7/2017 6:17 PM	Filter Size (mm): 300	RunID's Present: 157

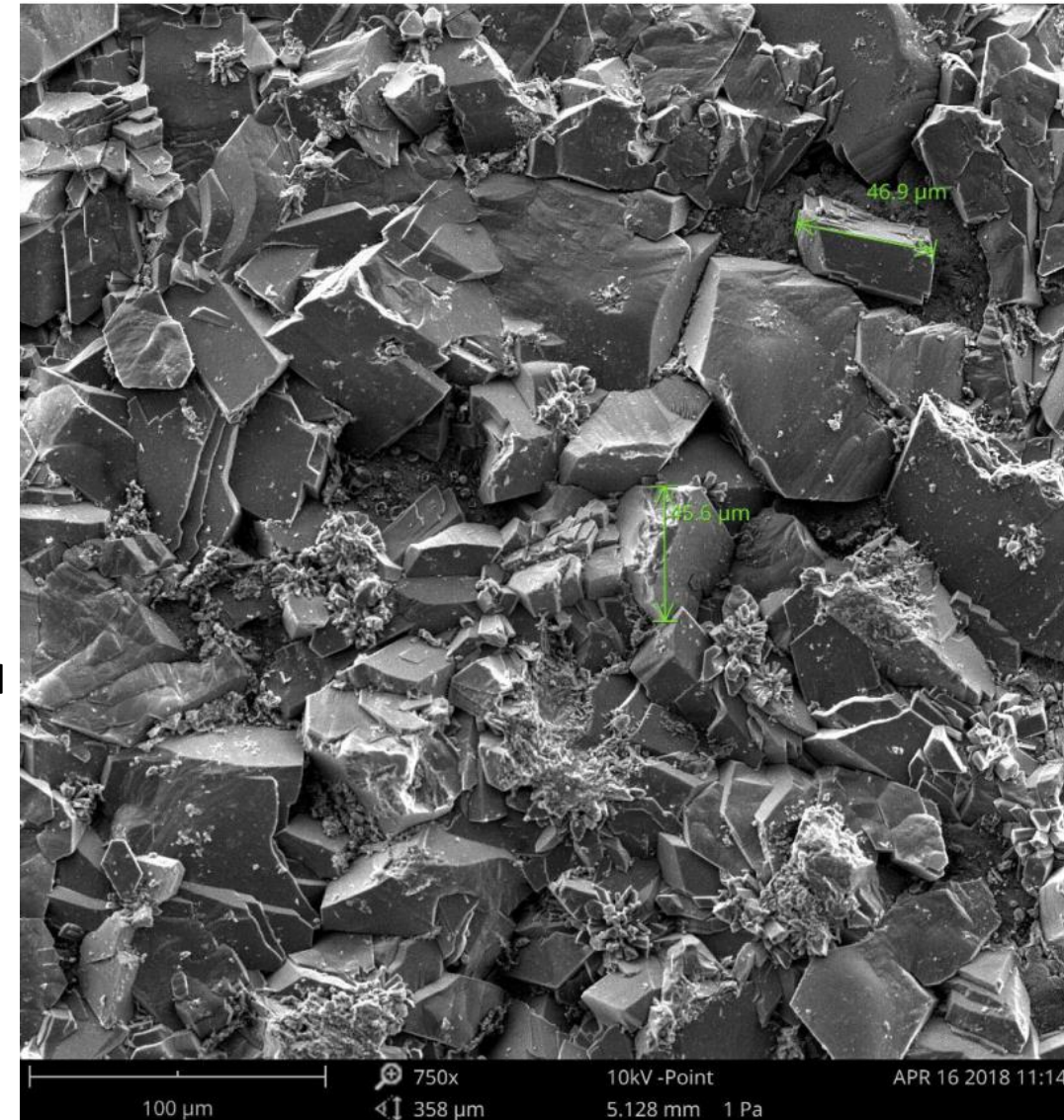
ISO16232 / VDA-19 Results											
Size Class		B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
Size Range (um)	Total	3 ≤ X < 15	15 ≤ X < 25	25 ≤ X < 50	50 ≤ X < 100	100 ≤ X < 150	150 ≤ X < 200	200 ≤ X < 400	400 ≤ X < 630	630 ≤ X < 1000	1000 ≤ X
Al alloy -Cu	45		13	7	23	2					
Glass	89		19	49	18	3					
Al ₂ O ₃	51		1	4	39	6		1			
Si Rich (Si-C/Si-N)	97		32	63	2						
Mineral	4		2	2							
Mineral Fiber	3			3							
Aluminosilicates	4				3	1					
SiO ₂	4		2	2							
Total Counts	297	0	69	130	85	12	0	1	0	0	0
Cleanliness Level		00	7	7	7	4	00	0	00	00	00
Component Cleanliness Code (CCC):		V(B00/C7/D7/E7/F4/G00/H0/I00/J00/K00)									
Specification:		V(B20/C20/D20/E20/F20/G20/H20/I20/J20/K20) Pass specification									
Notes:											

Report počtu částic určitého složení ve velikostních třídách dle normy VDA 19 či ISO.

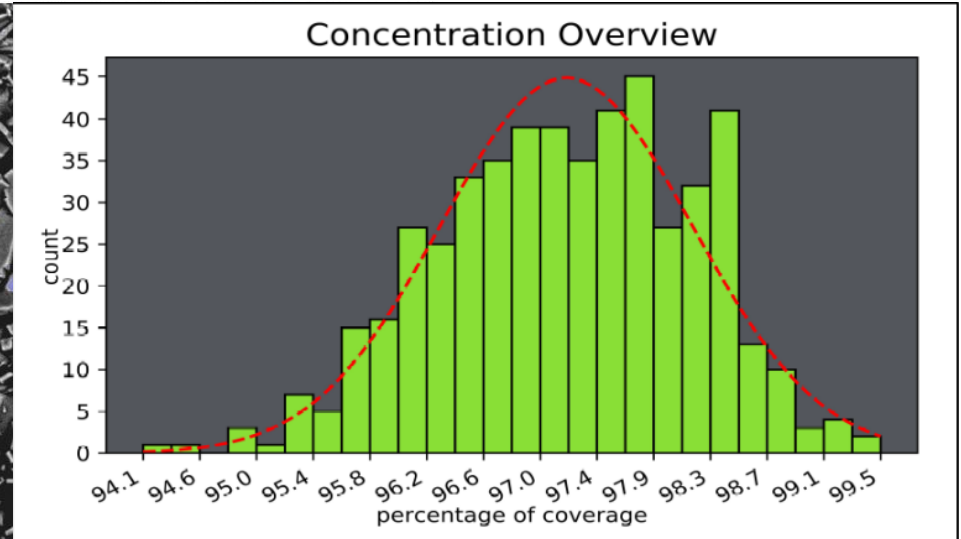
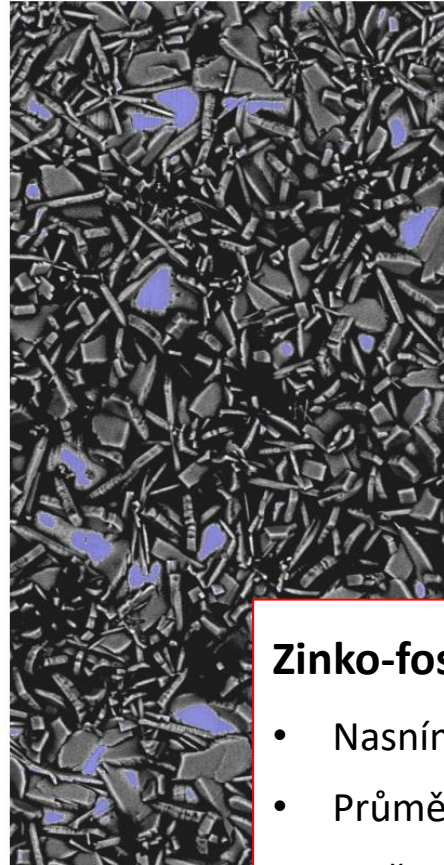
Fosfátové konverzní povlaky

- Hrubé krystalické povlaky oceli
- Vznikají chemickým působením roztoku
- Použití
 - Historicky používané s oleji pro inhibici koroze a úpravu lubricity povrchu (palné zbraně)
 - U automobilů – na pístových kroužcích a pro zlepšení adheze barev
 - Další využití ve vesmírném či zbrojním průmyslu
- Analýza
 - V defektech povlaku vzniká koroze
 - Podstatné jsou velikost krystalů a pokrytí

Louda, P., "Applications of thin coatings in automotive industry.", J. of achievements in Materials and Manufacturing Eng. 24.1 (2007): 51-56.



Fosfátové konverzní povlaky – pokrytí oceli



Zinko-fosfátový konverzní povlak

- Nasnímáno a vyhodnoceno **200 snímků**
- Průměrné pokrytí: **97,22%**
- Směrodatná odchylka pokrytí: **0,92%**
- **Celková délka snímání a vyhodnocení: 12 minut**

Obsah

- ANAMET s.r.o.
- Co je to Phenom ParticleX
- **Aplikace**
 - Strojírenské
 - **Forenzní a jiné**
- Další automatizační SW

Automatizované:

- Povýstřelové částice z palných zbraní (GSR) – automatizace
- Hledání rozsivek v plicích utonulých osob
- Detekce azbestu v importovaných materiálech



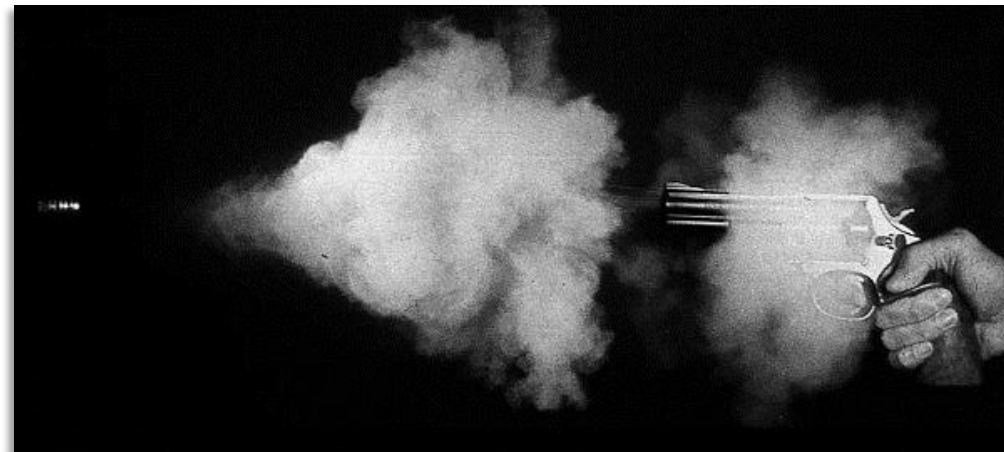
Manuální

- Autonehody (laky různých složení)
- Ohledání místa činu (pily, vlasy, chlupy, vlákna)
- Padělání dokumentů a bankovek
- Charakteristické vrypy na nástrojích.



Povýstřelové částice (GSR)

- Při výstřelu z palných zbraní vznikají malé částice
- Charakteristické složení pro určení původce (výrobce, odběratel)
- Částice se usazují všude v okolí a slouží v kriminalistice při hledání pachatele



Prsty a
ruce

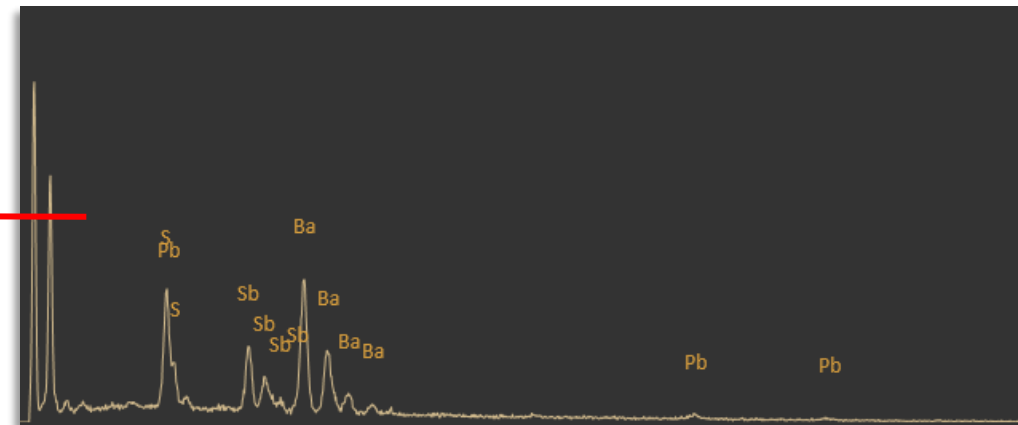
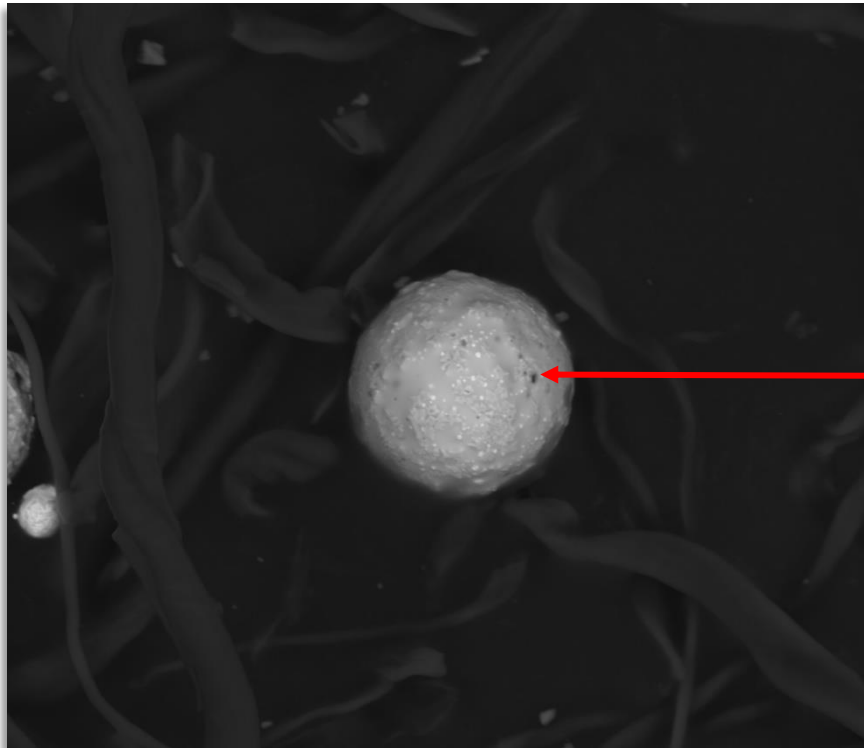


Obličej a vlasy

Oblečení

Povýstřelové částice (GSR)

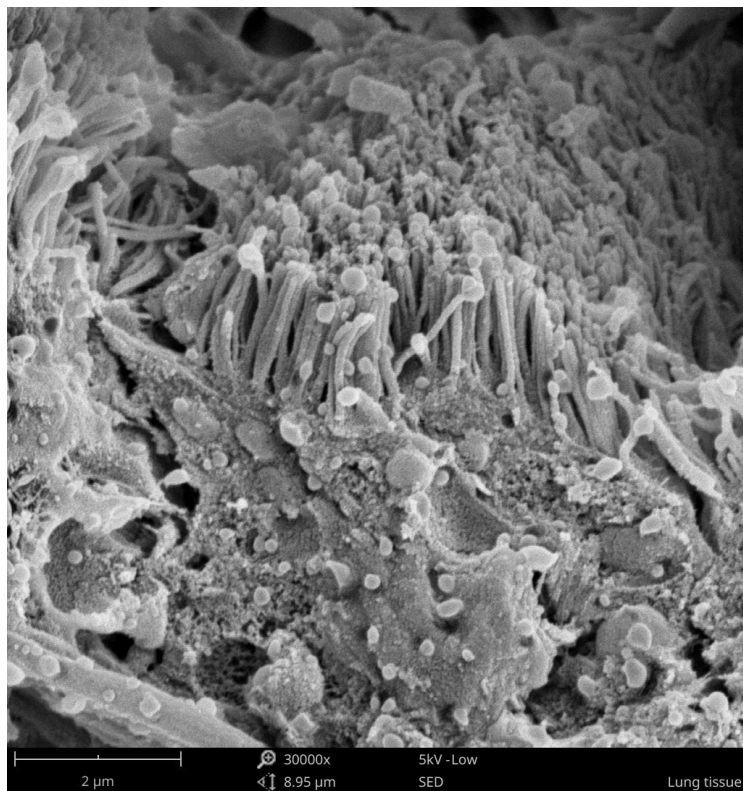
- Hledání částic „v kupce sena“
- Dlouhá a „nudná“ práce, kterou lze jednoduše automatizovat
- Jedná se o kulové částice s charakteristickým složením (Pb-Ba-Sb)



Hledání rozsivek v plicích

- Jednobuněčné fotosyntetizující vodní organismy s uhlíkatými schránkami (tisíce druhů)
- 2-200 μm (je těžké je najít v optických snímcích) - 20 rozsivek ve 100 mikrolitrech vody

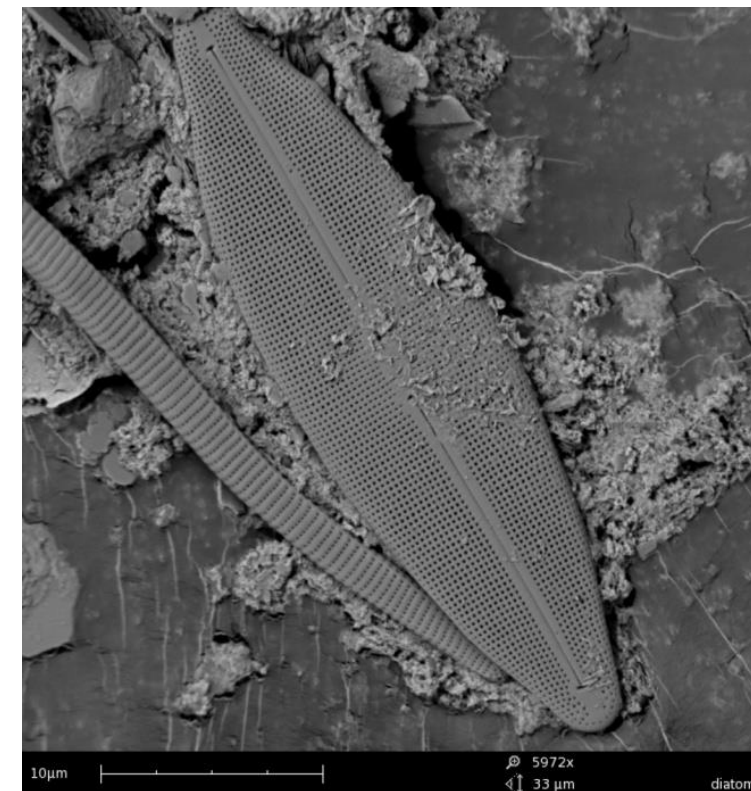
Výstelka plic



Rozsivka



Rozsivka



Azbest

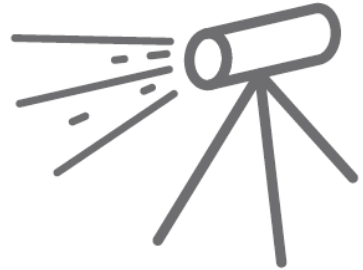
- Dlouhá, tenká a pevná minerální vlákna způsobující rakovinu plic
- Analýza azbestu rastrovacím elektronovým mikroskopem (SEM) je popsána v ISO 14966
- Aktuální požadavky
 - Nasnímání 100+ SEM snímků v náhodných nepřekrývajících se pozicích
 - Vizuální kontrola každého snímku vyškolenou obsluhou
 - Vlákna mohou být těžko vizuálně odhalitelná
 - Dlouhý proces analýzy
 - Náročný pro pozornost obsluhy
 - Hrozí chyby obsluhy
- AsbestoMetric: automatizovaná analýza azbestu podle ISO normy



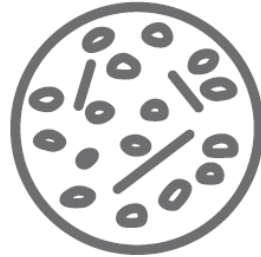
Postup analýzy filtrů na azbest

CASELLA

Filtrování známého
objemu vzduchu



Kontrola filtru na
poškození



Vložení filtrů do
Phenom XL

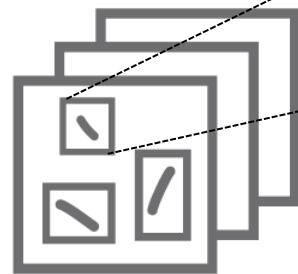


ISO 14966 norma pro
analýzu anorganických
vláken v okolním prostředí
s použitím **SEM**

Automatické kroky

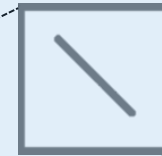


Nasnímat 100+
náhodných
nepřekrývajících se oblastí



Nalezení vláken na
základě předem
definovaných rozměrů

Asistované



Návrat na
pozici vlákna
+
automatické
prvkové
složení EDX



Automatická tvorba
zpráv

The screenshot displays the AsbestoMetric software interface. The main window shows a microscopic image of fibers with a green box highlighting a specific fiber. The interface includes a progress summary, settings, and a table of fiber properties.

Progress summary:

- Filter 5
- Image field 6 of 20
- fibers counted: 0
- 7 fibers found

Settings:

- Auto focus
- Image fields: Empty and loaded

Fiber reporting:

- Generate report

Status messages:

Filter overviews:

Image id	Length	Width	Accepted
6	13.3 μm	1.5 μm	Undecided
6	14.0 μm	1.5 μm	Undecided
6	5.0 μm	1.5 μm	Undecided
17	12.1 μm	1.5 μm	Undecided
18	5.9 μm	1.7 μm	Undecided
19	12.5 μm	1.7 μm	Undecided
19	13.8 μm	1.2 μm	Undecided

Fiber ID 91 properties (1 of 3):

- Length: 13.3 μm
- Width: 1.5 μm
- Count as: 1 fibers
- Fiber type: Amosite fiber

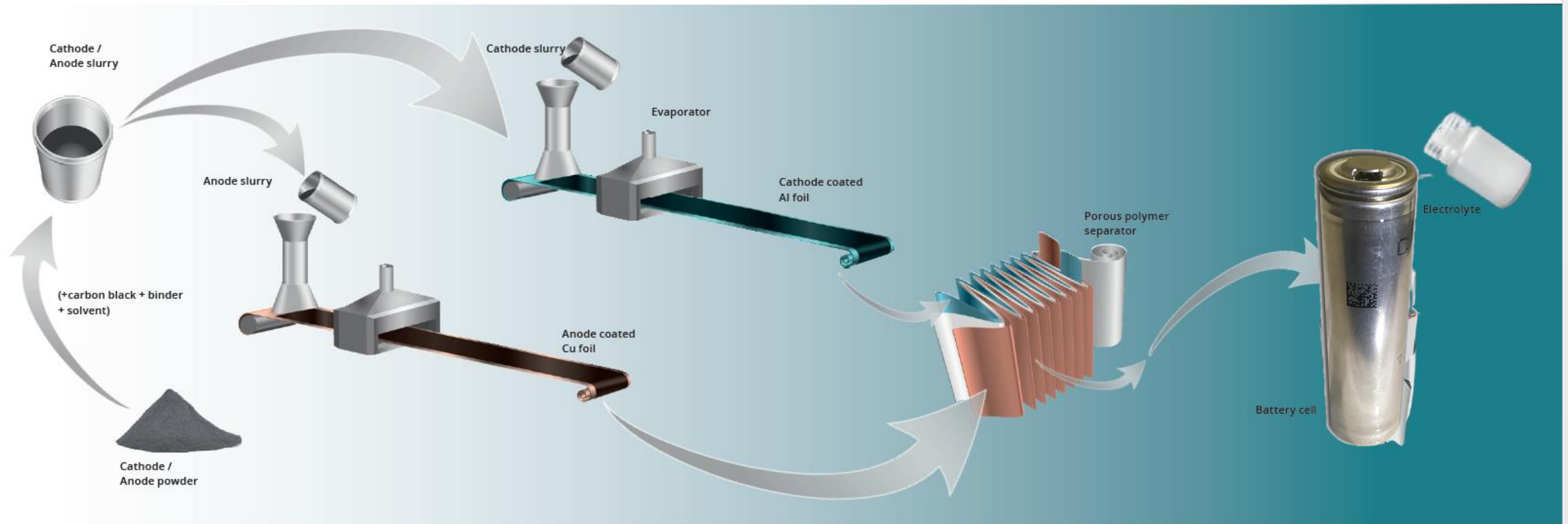
Buttons: Visit fiber, Acquire image for report, Accept fiber, Discard fiber

Automatická detekce vláken na základě morfologie

Přehled vlastností nalezených vláken

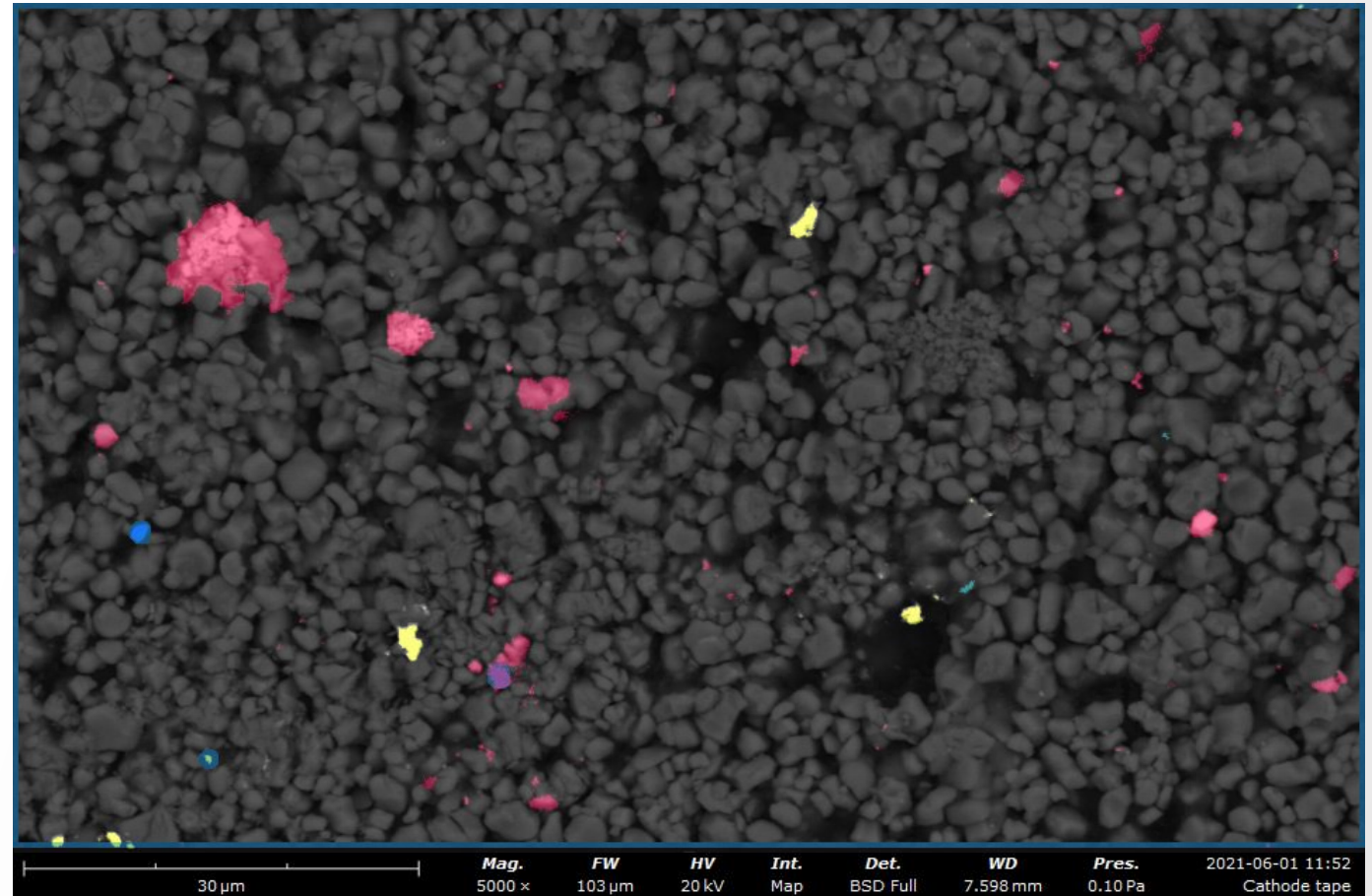
Databáze nalezených vláken a jejich vlastností pro ověření

Výroba baterií



- Mapy prvkového složení povrchu katodové vrstvy
- Mapa ukazuje přítomnost nežádoucích příměsí částic

Barva	Prvky
	Ba, W, S
	Fe, Cr
	Au
	Al
	F



Baterie - kontaminace

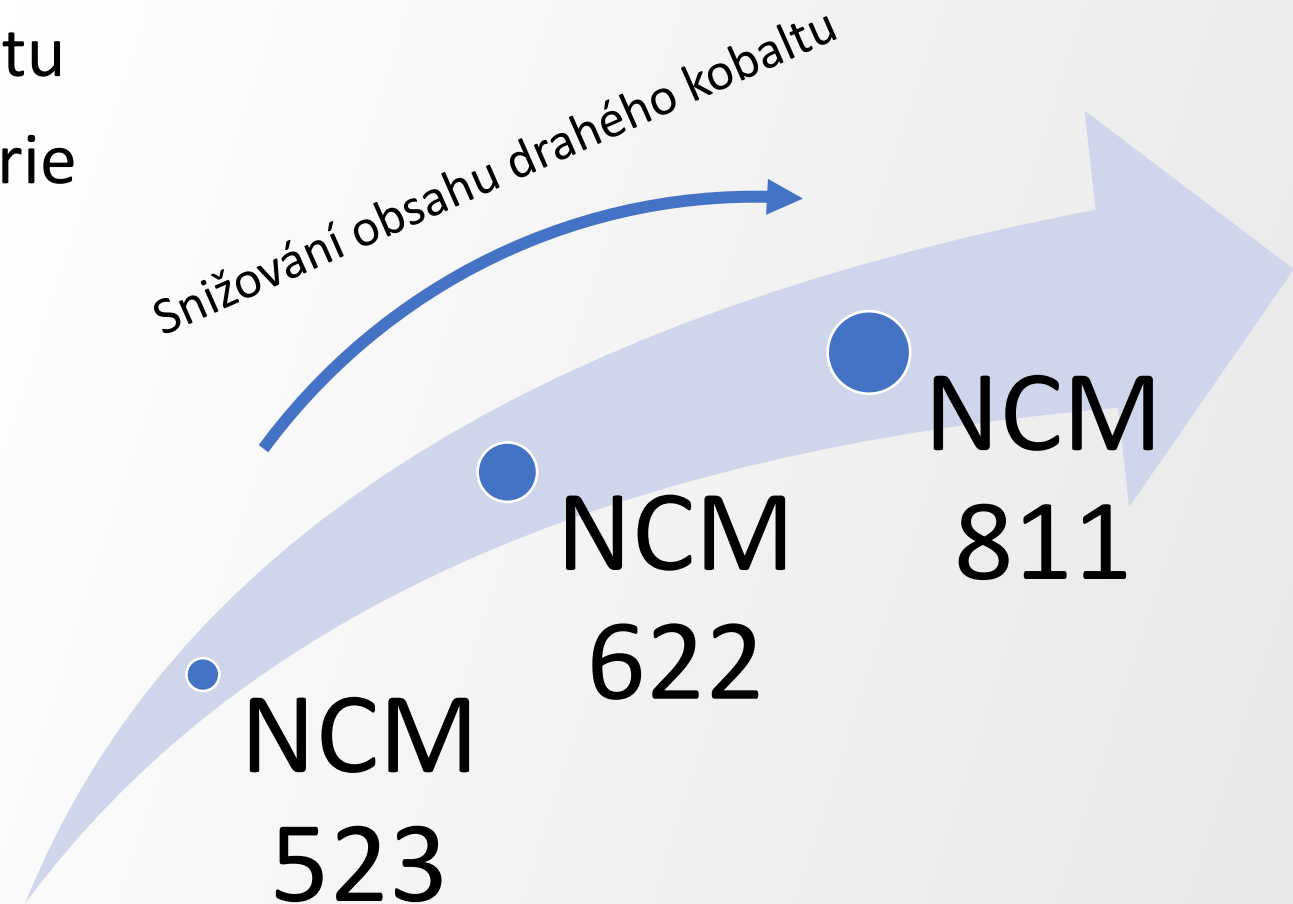
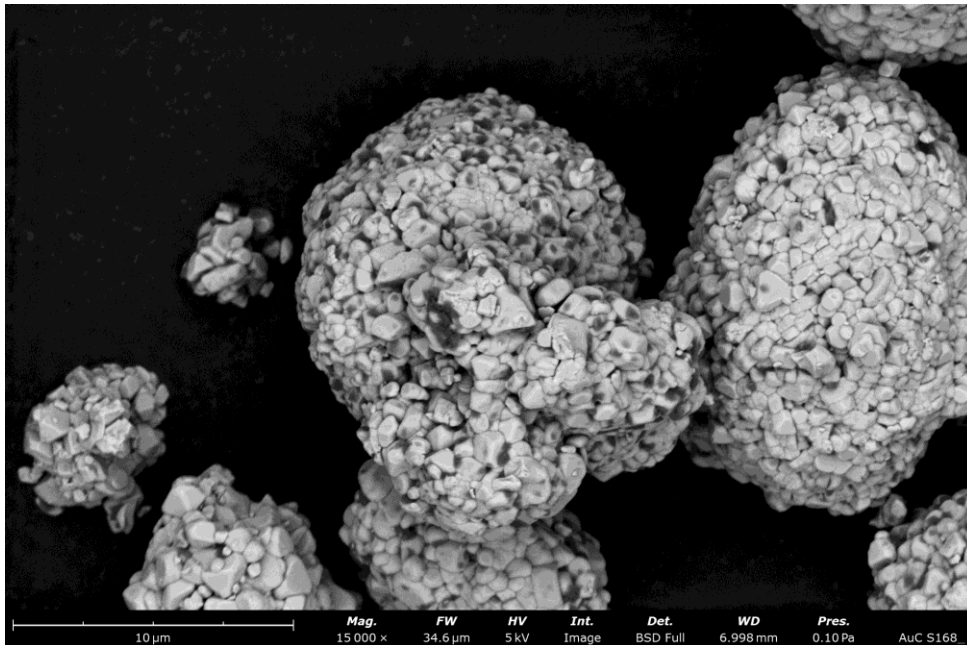
Particle Results											
Size Class		B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
Size Range (um)	Total	$5 \leq X < 15$	$15 \leq X < 25$	$25 \leq X < 50$	$50 \leq X < 100$	$100 \leq X < 150$	$150 \leq X < 200$	$200 \leq X < 400$	$400 \leq X < 600$	$600 \leq X < 1000$	$1000 \leq X$
Iron	1		1								
Aluminium	443	256	167	19	1						
Other	272	123	115	32	2						
Salts	8	1	6	1							
NCM	99286	37745	43173	17398	960	8	1	1			
Total Counts	100010	38125	43462	17450	963	8	1	1	0	0	0
Notes:											

Tabulka ukazuje přítomnost kontaminantů a **třídí je podle velikosti a vodivosti**

- Vodivé částice mohou způsobit zkrat => roztavení a výbuch baterie

Class Name	Color	Sub Total
High conductivity	Red	1
Medium conductivity	Yellow	443
Low conductivity	Green	280

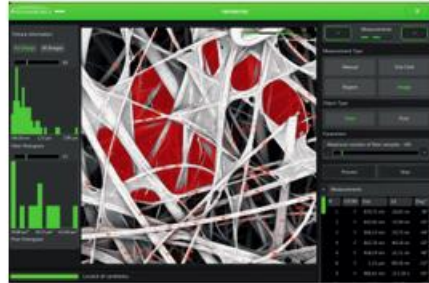
- Různé složení směsi **N**iklu, **C**obaltu a **M**anganu
- Poměr vyjádřen číslem NCM
- Snaha snižovat obsah drahého kobaltu
- NMC reprezentuje až 40% ceny baterie



Automatizace analýz – další aplikace

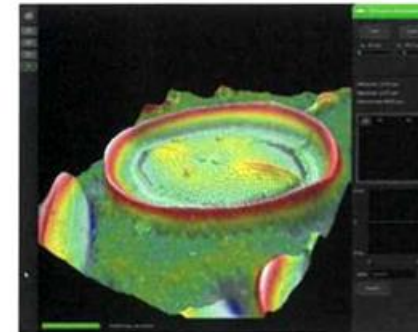
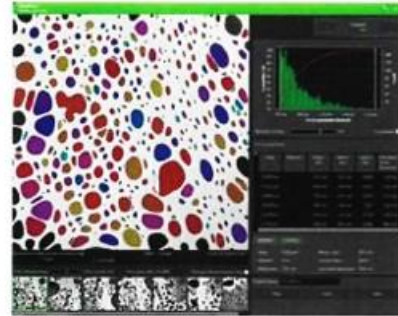
- Standardní SW balíčky:

ParticleMetric



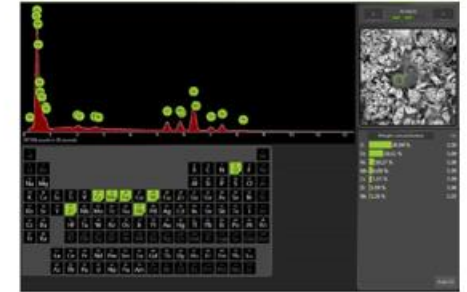
FiberMetric

PoroMetric



Hrubost povrchu

Prvkové složení - EDS



- Další skripty lze doprogramovat v Pythonu

- Phenom ParticleX
 - Technická čistota
 - Vměstky v oceli a hliníku
 - 3D tisk z kovových částic
 - Směsi částic pro výrobu katod baterií
 - Analýza povýstřelových splodin (GSR)
- Phenom XL G2
 - Fosfátové konverzní povlaky – pokrytí povrchu oceli
 - Azbestová vlákna
 - Rozsivky
 - Možnosti vlastních skriptů v Pythonu



Phenom XL G2



Michal Dudák, Ph.D.

dudak@anamet.cz

ANAMET s.r.o.

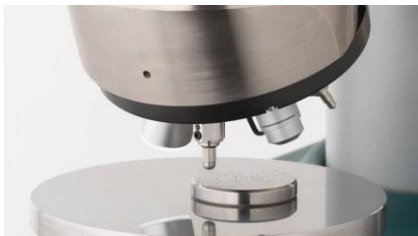
Phenom ParticleX



Phenom ParticleX je připravený k testování vašich vzorků na stánku D05

Tinius Olsen

Mechanické testování materiálů



Angelantoni Test Technologies
Klimatické a korozní komory

ACS

